

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of :  
Shin SADANO et al. :  
Serial No. NEW : **Attn: APPLICATION BRANCH**  
Filed September 22, 2003 : Attorney Docket No. 2003\_0988A

A METHOD FOR THE PURIFICATION OF  
MARIGOLD OLEORESIN

---

**CLAIM OF PRIORITY UNDER 35 USC 119**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

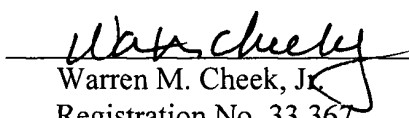
Sir:

Applicants in the above-entitled application hereby claim the date of priority under the International Convention of Japanese Patent Application No. 2002-276105, filed September 20, 2002, as acknowledged in the Declaration of this application.

A certified copy of said Japanese Patent Application is submitted herewith.

Respectfully submitted,

Shin SADANO et al.

By   
Warren M. Cheek, Jr.  
Registration No. 33,367  
Attorney for Applicants

WMC/dlk  
Washington, D.C. 20006-1021  
Telephone (202) 721-8200  
Facsimile (202) 721-8250  
September 22, 2003

(Translation)

JAPAN PATENT OFFICE

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: September 20, 2002

Application Number: 2002-276105  
[ST.10/C]: [JP2002-276105]

Applicant(s): RIKEN VITAMIN CO., LTD.

January 31, 2003

Commissioner, Japan Patent Office Shinichiro OTA

Certificate No. 2003-3003069

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 9月20日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-276105

[ST.10/C]:

[JP2002-276105]

出 願 人

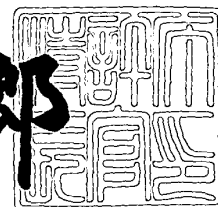
Applicant(s):

理研ビタミン株式会社

2003年 1月31日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3003069

【書類名】 特許願

【整理番号】 DR02J831

【提出日】 平成14年 9月20日

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 京都府亀岡市河原林町河原尻東垣内1-2 理研ビタミン株式会社京都工場内

【氏名】 定野 晋

【発明者】

【住所又は居所】 京都府亀岡市河原林町河原尻東垣内1-2 理研ビタミン株式会社京都工場内

【氏名】 藤原 和広

【発明者】

【住所又は居所】 京都府亀岡市河原林町河原尻東垣内1-2 理研ビタミン株式会社京都工場内

【氏名】 原田 浩一

【特許出願人】

【識別番号】 390010674

【氏名又は名称】 理研ビタミン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077012

【弁理士】

【氏名又は名称】 岩谷 龍

【電話番号】 06-4796-1300

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 066372

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0111927

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 マリーゴールドオレオレジンの精製方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 マリーゴールドオレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤不溶の成分を除く工程を実施することを特徴とするマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 2】 マリーゴールドオレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤不溶の成分を除く工程を実施して、低粘度、且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジン精製物を得ることを特徴とする請求項 1 記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 3】 超臨界抽出処理する工程を希釈剤の存在下、実施することを特徴とする請求項 1 ～ 2 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 4】 二酸化炭素、エタン、エチレン、プロパン、トルエンおよび亜酸化窒素からなる群から選ばれる超臨界流体を使用することを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 5】 請求項 1 に記載のケトン系溶剤がアセトン、メチルエチルケトンまたはジエチルケトンであることを特徴とするマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 6】 超臨界抽出処理する工程を、二酸化炭素超臨界流体を使用し、二酸化炭素の圧力が  $(980 \sim 2940) \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、温度が臨界温度  $\sim 80^\circ \text{C}$  の条件下で実施することを特徴とする請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 7】 超臨界抽出処理する工程を、二酸化炭素超臨界流体を使用し、二酸化炭素の圧力が  $(1470 \sim 2450) \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、温度が  $40 \sim 60^\circ \text{C}$  の条件下で実施することを特徴とする請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

【請求項 8】 請求項 1 ～ 7 のいずれかに記載の方法により得られるマリーゴールドオレオレジン精製物。

・【請求項 9】 請求項 1～7 のいずれかに記載の方法により得られる、低粘度、且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジン精製物。

【請求項 1 0】 ルテイン脂肪酸エステルが 2 0 % 以上で、且つ 3 0 ℃ における粘度が 2 0, 0 0 0 ミリパスカル秒以下であるマリーゴールドオレオレジン精製物。

【請求項 1 1】 ルテイン脂肪酸エステルが 3 0 % 以上で、且つ 3 0 ℃ における粘度が 2 0, 0 0 0 ミリパスカル秒以下であるマリーゴールドオレオレジン精製物。

【請求項 1 2】 3 0 ℃ における粘度が 1 0, 0 0 0 ミリパスカル秒以下である、請求項 1 1 記載のマリーゴールドオレオレジン精製物。

【請求項 1 3】 3 0 ℃ における粘度が 5, 0 0 0 ミリパスカル秒以下である、請求項 1 1 記載のマリーゴールドオレオレジン精製物。

【請求項 1 4】 請求項 8～1 3 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジン精製物を含有するソフトカプセル。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、マリーゴールドオレオレジンの精製方法、及びそれにより得られるマリーゴールドオレオレジン精製物に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

カロチノイドの一種であるルテインについて、最近の研究では、網膜黄斑部の酸化変性に起因する加齢性黄斑変性症 (Age-related Macular Degeneration: AMD) のリスク低減との関連を示す報告 (例えば、非特許文献1参照) や動脈硬化の予防、白内障の予防あるいは発癌抑制等にも有効であるとの報告 (例えば、非特許文献2、3および4参照) がなされている。このようにルテインは、健康食品、栄養補助食品、食品用色素、医薬品用色素、医薬品として有用であり、その利用が期待されている。

【0 0 0 3】

ルテインは、ルテイン脂肪酸エステル形で、オレンジ、桃、パパイヤ、ブルーベリー、マンゴーのような果実に含まれ、又多くの花や野菜中に存在するが、特にマリーゴールドの花弁に顕著に存在する。乾燥・粉碎されたマリーゴールドの花をヘキサンや石油エーテル等の炭化水素系、またはジクロロメタン等の塩素化炭化水素系の溶剤で抽出し、抽出液から溶剤を除去することにより、マリーゴールドオレオレジンが得られる。商業的に取引されている大部分のマリーゴールドオレオレジンの性状は常温で固状または高粘度のペースト状で、オレオレジン中のルテイン脂肪酸エステル含量は、エステルとして通常 14～20%である（例えば、特許文献 1 参照）。

## 【 0 0 0 4 】

ルテインを健康食品、栄養補助食品として利用するために、該マリーゴールドオレオレジンゼラチン皮膜で包み込んだソフトカプセルが作られる。特に内容物が油性の場合、液体の固化による取り扱いの利便性、内容物の保護・安定化、内容物の均一性、味・臭いのマスキング、高付加価値感などの点でソフトカプセルに優るものはない（例えば、非特許文献 5 参照）、と言われている。ソフトカプセルは、通常、2枚のゼラチンシート間に内容物を一定量注入して打ち抜く打ち抜き法で製造されるが、内容物は定量ポンプで送液可能な粘度、例えばロータリーダイ法では 20,000 c p s 以下（例えば、非特許文献 5 参照）、の液体でなければならないことから、該マリーゴールドオレオレジンのソフトカプセルを作る場合、該マリーゴールドオレオレジン加熱・溶融し液状にすることが必要となる。

## 【 0 0 0 5 】

しかし、ソフトカプセルの製造においては、ソフトカプセルの原料であるゼラチンが 40℃以上では成形性を失うことから、通常 40℃以上の加温・加熱工程はなく（例えば、非特許文献 5 参照）、それ故該マリーゴールドオレオレジン加熱・溶融し、充填することには困難が伴う。

## 【 0 0 0 6 】

そこで、該マリーゴールドオレオレジンに食用植物油を加えて希釈・溶解し、常温で液状とする方法がとられる。しかし、この方法では 1 カプセル当りのルテ



イン含量が少なくなるため、1回或いは1日当り摂取するカプセルの個数が多くなるという欠点がある。

【0007】

また、マリーゴールドの花から抽出分離したルテイン脂肪酸エステルを食用植物油中に懸濁させ、総カロチノイドエステルとして15%以上含む、常温でスラリー状の製品が商業的に提供されている。しかし、このものはルテイン脂肪酸エステル含量が低い上、このものを殺菌のため一旦約80℃で加熱・溶融し、室温まで冷却すると全体が固状となり、ソフトカプセルには充填不可能になるという欠点がある。

【0008】

【特許文献1】

国際公開第99/54408号パンフレット (p. 2、line 24)

【非特許文献1】

「食品と開発」、(株)健康産業新聞社、2000年、第35巻、第4号、p. 70

【非特許文献2】

西野輔翼、フレデリック・カチック共著、「なぜマルチカロチンがガンを抑制するのか」、メタモル出版、1998年、p. 80

【非特許文献3】

「FOOD Style 21」、(株)食品化学新聞社、1999年、第3巻、第3号、p. 52

【非特許文献4】

「FFIジャーナル (FOODS & FOOD INGREDIENTS JOURNAL OF JAPAN)」、FFIジャーナル編集委員会、2001年3月、第191巻、p. 75-76

【非特許文献5】

「食品と開発」、(株)健康産業新聞社、1995年、第30巻、第2号、p. 16、17、18

【 0 0 0 9 】

【発明が解決しようとする課題】

この発明は、ソフトカプセルに充填可能で、且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジンを得る方法を提供するためになされたものである。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、オレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、リン脂質等のケトン系溶剤に不溶の成分を除く工程とを組み合わせることにより、低粘度で且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジンが得られることを見出し、この知見に基づいて本発明をなすに至った。

【 0 0 1 1 】

即ち、本発明の方法は、次の 1 ～ 1 4 からなっている。

1. マリーゴールドオレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤不溶の成分を除く工程を実施することを特徴とするマリーゴールドオレオレジンの精製方法。
2. マリーゴールドオレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤不溶の成分を除く工程を実施して、低粘度、且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジン精製物を得ることを特徴とする前記 1 記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。
3. 超臨界抽出処理する工程を希釈剤の存在下、実施することを特徴とする前記 1 ～ 2 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。
4. 二酸化炭素、エタン、エチレン、プロパン、トルエンおよび亜酸化窒素からなる群から選ばれる超臨界流体を使用することを特徴とする前記 1 ～ 3 のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。
5. 前記 1 に記載のケトン系溶剤がアセトン、メチルエチルケトンまたはジエチルケトンであることを特徴とするマリーゴールドオレオレジンの精製方法。
6. 超臨界抽出処理する工程を、二酸化炭素超臨界流体を使用し、二酸化炭素の圧力が  $(980 \sim 2940) \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、温度が臨界温度  $\sim 8$

0℃の条件下で実施することを特徴とする前記1～5のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

7. 超臨界抽出処理する工程を、二酸化炭素超臨界流体を使用し、二酸化炭素の圧力が $(1470 \sim 2450) \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、温度が40～60℃の条件下で実施することを特徴とする前記1～5のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジンの精製方法。

8. 前記1～7のいずれかに記載の方法により得られるマリーゴールドオレオレジン精製物。

9. 前記1～7のいずれかに記載の方法により得られる、低粘度、且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジン精製物。

10. ルテイン脂肪酸エステル含量が20%以上で、且つ30℃における粘度が20,000ミリパスカル秒以下であるマリーゴールドオレオレジン精製物。

11. ルテイン脂肪酸エステル含量が30%以上で、且つ30℃における粘度が20,000ミリパスカル秒以下であるマリーゴールドオレオレジン精製物。

12. 30℃における粘度が10,000ミリパスカル秒以下である、前記11記載のマリーゴールドオレオレジン精製物。

13. 30℃における粘度が5,000ミリパスカル秒以下である、前記11記載のマリーゴールドオレオレジン精製物。

14. 前記8～13のいずれかに記載のマリーゴールドオレオレジン精製物を含むソフトカプセル。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明において用いられるマリーゴールドオレオレジンは、キク科マリーゴールド (*Tagetes erecta* WILLD.) の花を乾燥し、粉碎し必要ならペレット状に加工した後、有機溶剤、通常ヘキサン、で抽出し、抽出液から溶剤を除去することにより得られたものである。その性状は、常温で固状またはペースト状で、特有のにおいを有する。その主成分は、ルテイン脂肪酸エステルであるが、通常ゼアキサンチン及びクリプトキサンチンの脂肪酸エステルを含む。従って、本発明で言うルテイン脂肪酸エステルは、これら全てを含む総カロチノイドエステルを指

している。

【0013】

本発明の方法において、マリーゴールドオレオレジンが高圧二酸化炭素を用いる超臨界抽出で処理される。二酸化炭素は、臨界点（温度31.3℃、圧力：72.9気圧）以上を越えると超臨界状態となり、優れた溶解性を示す。また、このような超臨界流体は、圧力或いは温度を変化させることにより溶解力を調整することができるので、抽出槽に供給する超臨界流体の圧力を調整することにより選択的な抽出をすることができる。本発明における超臨界抽出工程で使用する抽出槽は、当該分野でそれ自体公知のものを使用することができ、例えば、特開昭63-112659号公報、p. 6、第2図に記載された抽出槽を挙げることができる。

【0014】

具体的には、マリーゴールドオレオレジンそのまま或いは食用油脂を加えて抽出槽に仕込まれる。ここで用いられる食用油脂としては、例えば菜種油、とうもろこし油、大豆油、綿実油、ひまわり油、紅花油、パーム油、椰子油等の植物油脂、魚油等の動物油脂、あるいは中鎖飽和脂肪酸トリグリセライド等が挙げられる。食用油脂を加えることにより被抽出物の粘度が下がり、発泡が起こりにくくなるため、抽出操作が容易となる。被抽出物の粘度を調整するための希釈剤としては、上記食用油脂の他に、例えばエタノール、ヘキサン、アセトン、グリセリン、プロピレングリコール等が用いられる。

これらの希釈剤は、マリーゴールドオレオレジン100質量部に対して、約10～100質量部、好ましくは約15～50質量部、加えることができる。

【0015】

抽出槽に供給する超臨界流体としては二酸化炭素が一般的であるが、エタン、エチレン、プロパン、トルエン、亜酸化窒素等を用いることもできる。超臨界状態の二酸化炭素により抽出された成分は、分離槽で降圧され、二酸化炭素を気化することにより回収され、除かれる。

【0016】

超臨界抽出の処理方法は特に制限されないが、二酸化炭素を（980～294

$1.0 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $=\text{N/m}^2$ )、好ましくは $(1470 \sim 2450) \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $=\text{N/m}^2$ )、臨界温度 $\sim 80^\circ\text{C}$ 、好ましくは $40 \sim 60^\circ\text{C}$ の臨界条件で抽出を行った後、 $(490 \sim 588) \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $=\text{N/m}^2$ )、 $40 \sim 60^\circ\text{C}$ で溶媒が分離するのが好適である。抽出される成分は臭気成分の外、残存有機溶剤、遊離の脂肪酸及びある程度までしか同定できない付随物質を含む残部を含んでいる。希釈剤として加えられた食用油脂は、 $1176 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $=\text{N/m}^2$ )、 $40^\circ\text{C}$ 以上の条件で、ほぼ全量が抽出され除かれる。抽出時間は、特に制限されないが、例えば、約1時間 $\sim$ 約30時間、好ましくは約3時間 $\sim$ 約20時間を例示することができる。

## 【0017】

抽出の終点は、マリーゴールドオレオレジンの粘度に影響を及ぼしている成分の特定が困難なため、抽出率を目安として決められる。抽出率は被抽出物に対する抽出物の割合であり、被抽出物の品質により異なり一様ではないが、通常、10%以上、好ましくは15%以上、更に好ましくは20%以上の条件で抽出処理される。

## 【0018】

超臨界抽出処理されたマリーゴールドオレオレジンは、次にケトン系溶剤に溶解される。ここで用いられるケトン系溶剤としては、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトンなどが挙げられるが、好ましくはアセトンである。アセトンの量はオレオレジン1質量部に対して、0.5 $\sim$ 10質量部、好ましくは2 $\sim$ 3質量部である。

## 【0019】

オレオレジンとアセトンの混合液は、 $40 \sim 55^\circ\text{C}$ 、好ましくは $45 \sim 50^\circ\text{C}$ で緩やかな還流状態を維持しながら、0.5 $\sim$ 1時間攪拌される。次に混合液は、 $10 \sim 30^\circ\text{C}$ 、好ましくは $15 \sim 25^\circ\text{C}$ まで、通常2 $\sim$ 4時間位かけて緩やかに冷却される。冷却された混合液はろ紙或いはろ布を通して、必要ならば珪藻土などのろ過助剤を使用して、ろ過される。ろ液は減圧下で濃縮され、アセトンを除去することによりマリーゴールドオレオレジン精製物が得られる。精製されたマリーゴールドオレオレジンは、減圧下、 $50^\circ\text{C}$ を越えない温度で、好ましくは

窒素ガスの雰囲気下で、残留する溶剤が除去される。

#### 【0020】

本発明の方法は、オレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤に不溶の成分を除く工程とを組み合わせることから成っており、どちらの工程を先に行っても良いが、好ましくは先ずオレオレジンを超臨界抽出処理し、次にケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤に不溶の成分を除く工程を実施する方法である。

#### 【0021】

本発明の方法で得られるマリゴールドオレオレジン精製物は、室温で液状或いは低粘度のペースト状で、ルテイン脂肪酸エステルの含量は20%以上、しばしば30%を越えるものも得られる。その粘度は20,000ミリパスカル秒以下、好ましくは10,000ミリパスカル秒以下、更に好ましくは5,000ミリパスカル秒以下のものが容易に得られる。その結果、高濃度のルテイン脂肪酸エステルを含有するソフトカプセルを製造することが可能となった。

#### 【0022】

本発明で得られるマリゴールドオレオレジンのソフトカプセルは、医薬品分野、食品分野で用いられているそれ自体公知の方法、例えば、浸漬法、打ち抜き法、滴下法等により製造することができる。ソフトカプセルの形態には特に制限はなく、フットボール型、長楕円型、球型、三角型、涙型、ひし型のいずれの形態をも取ることができるが、通常はフットボール型が好ましい。本発明の精製マリゴールドオレオレジンは、一ソフトカプセル当たり、約50～5,000mg、好ましくは約250～300mg充填される。ソフトカプセル化された精製マリゴールドオレオレジンは、長期間、安定である。

マリゴールドオレオレジンのソフトカプセルは、健康食品、栄養補助食品、食品用色素、医薬品用色素、医薬品として有用である。

#### 【0023】

##### 【実施例】

以下、実施例をもって本発明を具体的に説明する。

#### 【0024】

・[ルテイン脂肪酸エステル含量測定方法]

試料約 0.1 g を正確に秤量し、ヘキサンに溶解し 100 ml とする。これを吸光度が 0.3 ~ 0.7 になるようにヘキサンで希釈し、この希釈液の 445 nm 近辺の極大吸収での吸光度を分光光度計にて測定し、次の計算式により含量を計算する。

$$\text{含量 (\%)} = \{ (\text{吸光度} / \text{試料の質量}) \times \text{希釈倍率} \} / 1,394 \times 100$$

※ 1,394 は 445 nm における吸光係数

【0025】

[粘度測定方法]

第 7 版食品添加物公定書記載「28. 粘度測定法」の「第 2 法 回転粘度測定法」に基づいて測定した。測定には 4 号ローターを使用し、想定される粘度に応じて回転数を選択した。尚、測定時間は 30 秒に統一した。

【0026】

(実施例 1)

マリーゴールドオレオレジン (ルテイン脂肪酸エステル: 16.9 質量%) 100 g を 1 L の抽出槽に仕込み、 $1764 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、50℃の超臨界二酸化炭素を抽出槽に供給し、抽出を行った。抽出液は分離槽で  $490 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、60℃と降圧昇温して分離し、抽出物 24.4 g を得た。

次に抽残物約 75 g とアセトン 190 ml を混合し、50℃に加温して溶解する。溶液をおよそ 3 時間かけて 20℃まで徐冷し、生じた不溶物をろ過により除去し、ろ液を減圧濃縮してマリーゴールドオレオレジン精製物約 71 g (ルテイン脂肪酸エステル: 23.8 質量%) を得た。

【0027】

(実施例 2)

マリーゴールドオレオレジン (ルテイン脂肪酸エステル: 23.3 質量%) 100 g と菜種油 30 g を 1 L の抽出槽に仕込み、 $1764 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、50℃の超臨界二酸化炭素を抽出槽に供給し、抽出を行った。抽出液は分離槽で  $490 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $= \text{N/m}^2$ )、60℃と降圧昇温して分離し、抽出

物 50.1 g を得た。

次に抽残物約 85 g とアセトン 210 ml を混合し、50℃に加温して溶解する。溶液をおよそ 3 時間かけて 20℃まで徐冷し、生じた不溶物をろ過により除去し、ろ液を減圧濃縮してマリーゴールドオレオレジン精製物約 76 g（ルテイン脂肪酸エステル：30.5 質量%）を得た。

#### 【0028】

##### （実施例 3）

マリーゴールドオレオレジン（ルテイン脂肪酸エステル：26.9 質量%）100 g とアセトン 250 ml を混合し、50℃に加温して溶解する。溶液をおよそ 3 時間かけて 20℃まで徐冷し、生じた不溶物をろ過により除去し、ろ液を減圧濃縮して抽出物 94.8 g を得た。

次に抽出物約 95 g と菜種油 30 g を 1 L の抽出槽に仕込み、 $1764 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $=\text{N/m}^2$ )、50℃の超臨界二酸化炭素を抽出槽に供給し、抽出を行った。抽出液は分離槽で  $490 \times 10^4 \text{ Pa}$  ( $=\text{N/m}^2$ )、60℃と降圧昇温して抽出物 45.5 g を分離し、抽残物としてマリーゴールドオレオレジン精製物約 79 g（ルテイン脂肪酸エステル：32.9 質量%）を得た。

#### 【0029】

実施例 1～3 のマリーゴールドオレオレジン（出発原料）とマリーゴールドオレオレジン精製物（本発明品）の粘度を表 1 に示す。

【表 1】

マリーゴールドオレオレジンの粘度（30℃、単位：ミリパスカル秒）

	実施例 1	実施例 2	実施例 3
出発原料*	24,000	31,000	40,000
本発明品**	1,200	3,300	4,800

\*測定条件 4 号ローター、6 回転、30 秒

\*\*測定条件 4 号ローター、60 回転、30 秒

#### 【0030】

##### 【発明の効果】

本発明によれば、マリーゴールドオレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、



ケトン系溶剤に溶解後冷却し、リン脂質等のケトン系溶剤に不溶の成分を除く工程とを組み合わせることにより、低粘度で且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジンが得られる。本発明により得られる精製マリーゴールドオレオレジンはソフトカプセルに充填可能で、健康食品、栄養補助食品、食品用色素、医薬品用色素、医薬品として有用である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課 題】 ソフトカプセルに充填可能で、且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジンを得る方法を提供する。

【解決手段】 オレオレジンを超臨界抽出処理する工程と、ケトン系溶剤に溶解後冷却し、該溶剤に不溶の成分を除く工程とを組み合わせることにより、低粘度で且つルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジンが得られる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[390010674]

1. 変更年月日	1990年10月25日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区三崎町2丁目9番18号
氏 名	理研ビタミン株式会社